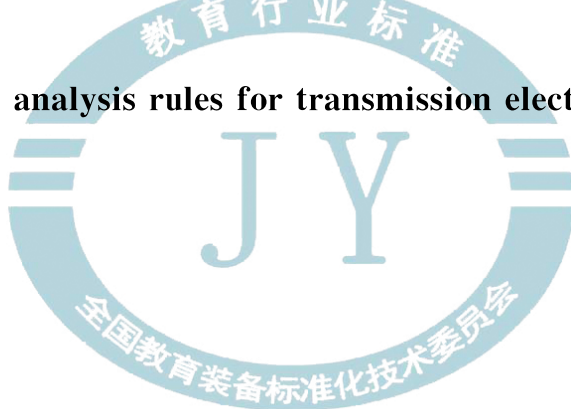


中华人民共和国教育行业标准

JY/T 0581—2020
代替 JY/T 011—1996

透射电子显微镜分析方法通则

General analysis rules for transmission electron microscope



2020-09-29 发布

2020-12-01 实施

中华人民共和国教育部 发布



目 次

前言 Ⅲ

1 范围 1

2 规范性引用文件 1

3 术语和定义 1

4 方法原理 3

5 环境要求 4

6 仪器 4

7 分析样品 6

8 分析步骤 7

9 结果报告 11

10 安全注意事项 11

参考文献 12





前 言

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本标准代替 JY/T 011—1996《透射电子显微镜方法通则》，与 JY/T 011—1996 相比，除编辑性修改外主要技术变化如下：

- 增加了规范性引用文件(见第 2 章)；
- 增加了术语和定义加速电压(见 3.2)、相机长度(见 3.3)、球差(见 3.4)、色差(见 3.5)、慧差(见 3.6)、像衬度(见 3.8)、相位衬度(见 3.9)、振幅衬度(见 3.10)、电子枪(见 3.12)、磁透镜(见 3.13)、极靴(见 3.14)、能谱仪(见 3.15)、电子能量损失谱仪(见 3.16)、电子能量过滤器(见 3.17)、扫描透射(见 3.18)、环境透射电镜(见 3.19)、冷冻透射电镜(见 3.20)、低能电子显微镜(见 3.21)和洛伦茨电镜(见 3.22)；
- 增加了透射电镜的分类(见 6.2)；
- 修改了样品制备(见 7.2, 标准 JY/T 005—1996 的 5.2)；
- 增加了分析步骤像散矫正(见 8.2.2)、慧差矫正(见 8.2.3)、球差矫正(见 8.2.4)、色差矫正(见 8.2.5)、衍射衬度像(见 8.4.2)、Z 衬度像(见 8.4.4)和电子衍射(见 8.4.5)；
- 增加了安全注意事项(见第 10 章)。

本标准由中华人民共和国教育部提出。

本标准由全国教育装备标准化技术委员会化学分技术委员会(SAC/TC 125/SC 5)归口。

本标准起草单位：南京大学、北京大学、北京化工大学、中国科技大学、山东理工大学、华南理工大学。

本标准主要起草人：邓昱、鞠晶、胡水、刘先明、冯柳、尹诗衡。

本标准所代替标准的历次版本发布情况为：

- JY/T 011—1996。



透射电子显微镜分析方法通则

1 范围

本标准规定了透射电子显微镜(transmission electron microscope,以下简称透射电镜或 TEM)分析方法的原理、仪器、分析样品、分析步骤、结果报告和安全注意事项。

本标准适用于各种类型透射电镜的测试分析。

2 规范性引用文件

下列文件对于本文件的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件,仅注日期的版本适用于本文件。凡是不注日期的引用文件,其最新版本(包括所有的修改版)适用于本文件。

GB/T 18735 微束分析 分析电镜(AEM/EDS)纳米薄标样通用规范

GB/T 18907—2013 微束分析 分析电子显微术 透射电镜选区电子衍射分析方法(ISO 25498:2010,IDT)

GB/T 23414—2009 微束分析 扫描电子显微术 术语

ISO 29301:2010 微束分析 分析电子显微术 用周期结构标样校准图像放大倍率的方法(Microbeam analysis—Analytical transmission electron microscopy—Methods for calibrating image magnification by using reference materials having periodic structures)

3 术语和定义

GB/T 23414—2009 规定的以及下列术语和定义,适用于本文件。

3.1

分辨率 resolution

能被清楚地分开、识别的两个图像特征之间的最小间距。

3.2

加速电压 accelerating voltage

为加速从电子源发射的电子而加到灯丝和阳极之间的电位差。

3.3

相机长度 camera length

根据后焦面上衍射斑点被放大的倍数,折算出的衍射相机长度。

3.4

球差 spherical aberration

由于电磁透镜中心区域和边缘区域对电子会聚能力不同而造成的像差。

3.5

色差 chromatic aberration

由于电子波长或能量发生一定幅度的改变而造成的像差。

3.6

慧差 coma

光轴外物点发出宽光束通过透镜后并不会聚一点,相对于主光线而是呈彗星状图形的一种不对称的

像差。

3.7

像散 astigmatism

由极靴加工精度、极靴材料不均匀、透镜内线圈不对称及不完善的光阑形成的透镜不对称磁场产生的图像模糊的现象。

3.8

像衬度 image contrast

图像上不同区域间明暗程度的差别。

3.9

相位衬度 phase contrast

通过透射电镜薄样品后,电子束产生相位差,由这些电子形成的相干花样。

注:比如透射电镜高分辨晶格像的衬度就属于相位衬度。

3.10

振幅衬度 amplitude contrast

电子波在样品下表面振幅差异的反映,可以形成衍射衬度和质厚衬度。

3.11

电子衍射 electron diffraction

电子束在晶体中散射,各散射电子波之间产生互相干涉现象,只在满足布拉格定律方向上有相互加强的衍射束的效应。主要包括选区电子衍射、纳米束电子衍射和会聚束电子衍射。对于非晶样品,可以发生非布拉格衍射(diffuse scattering),形成如非晶弥散衍射环(diffuse rings)等花样。

3.12

电子枪 electron gun

通过加速电子发射出具有一定能量、一定束流以及速度和角度的电子束的装置。

3.13

磁透镜 magnetic lens

利用载流螺线管中激发的磁场来实现磁聚焦的透镜。

[GB/T 23414—2009, SEM 物理基础术语 3.1.3.2]。

3.14

极靴 pole piece

电磁透镜内部用来汇聚电子束的柱状对称软磁材料芯(磁芯),该磁芯位置具有强磁场。

3.15

能谱仪 energy dispersive X-ray spectrometer; EDS

在透射电镜中安装的附件,可以测试由电子束激发的样品中元素的特征 X 射线,从而进行样品成分分析。

3.16

电子能量损失谱仪 electron energy loss spectrometer; EELS

在透射电镜中加装 EELS 附件,利用入射电子束在样品中发生非弹性散射,电子损失的能量 ΔE 直接反映了发生散射的机制、样品的化学组成以及厚度等信息,因而能够对薄样品微区的元素组成、化学键及电子结构等进行分析。

3.17

电子能量过滤器 electron energy filter; EEF

通过镜筒内置能量过滤附件,即通过过滤能够获得低色差的样品观察区域,保证高的衍射接收角和

能量分辨率,从而可以获得高质量的能量过滤像。

3.18

扫描透射 scanning transmission electron microscope; STEM

在透射电镜中安装扫描附件,综合了扫描和透射电镜成像、测试特点的一种成像和分析模式。

3.19

环境透射电镜 environmental transmission electron microscope; ETEM

通过特殊设计,如液体池,气氛池等,在一定条件下允许气-固或液-固多相的共同存在,从而进行一些原位反应观测、研究的透射电镜。

3.20

冷冻透射电镜 cryogenic transmission electron microscope; Cryo-TEM

在极靴和样品杆加装了冷冻系统的透射电镜,用于开展对电子束敏感样品、生物或软物质样品在低温条件下的观测。

3.21

低能电子显微镜 low energy electron microscope; LEEM

可以利用低能电子成像的电子显微镜,如弹性背散射电子表面实空间成像,可以具有高的横向和纵向分辨率,可以与低能电子衍射及其他电子显微技术结合。

3.22

洛伦茨电镜 Lorentz TEM

通过控制、降低物镜磁场(可以降到零场),并通常配合以电子全息等附件对磁性样品进行观测研究的技术。

4 方法原理

4.1 成像原理

电子束与样品发生作用,包括弹性散射和非弹性散射两个过程,产生反映样品微区厚度、平均原子序数、晶体结构或相位等多种信息。透过样品的电子束,经过物镜聚焦放大成像,再经过中间镜和投影镜进一步放大,最后用相机记录图像。在不同的实验条件下得到不同的衬度像,主要包括质厚衬度像、衍射衬度像、Z 衬度像和相位衬度像。透射电镜不仅能显示样品微观形貌,而且可以利用电子衍射同时获得晶体学信息。成像方式和衍射方式是透射电镜的两种基本功能^[1-3],见图 1 和图 2。

4.2 成像方式

电子束通过样品进入物镜,在其像平面形成第一电子像,中间镜将该像进一步放大,成像在相应的像平面上,投影镜再将中间镜成的像再次放大成像,在荧光屏上形成最终像。最终像(与样品相比)的放大倍率 M 为各成像透镜放大倍率的乘积:

$$M = M_1 \cdot M_2 \cdots M_n$$

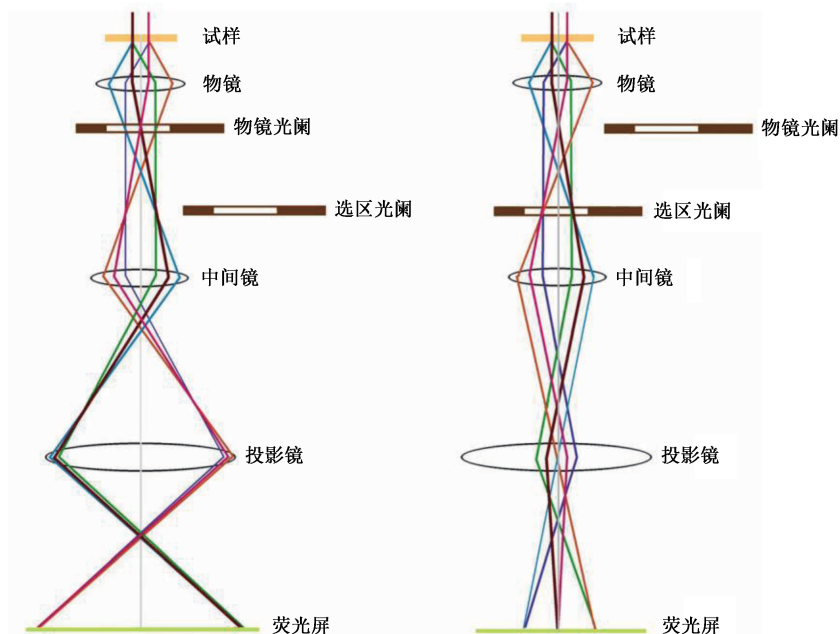


图 1 成像方式 图 2 衍射方式

4.3 电子衍射

如果样品是晶体,它的电子衍射花样呈现在物镜后焦面上,改变中间镜电流,将中间镜的物平面与物镜背焦面重合,使得电子衍射花样可以成像于中间镜的像平面上,经过投影镜的放大后,最终在荧光屏上获得电子衍射花样的放大像。

5 环境要求

- 5.1 环境温度 $20\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 5\text{ }^{\circ}\text{C}$, 温度变化率 $\leq 3\text{ }^{\circ}\text{C/h}$ 。对于拍摄高分辨像, 温度变化率 $\leq 1\text{ }^{\circ}\text{C/h}$ 。
- 5.2 相对湿度 $\leq 75\%$ 。
- 5.3 具有独立地线, 并根据仪器使用说明规定进行接地安装。
- 5.4 周围杂散磁场的磁场强度不应超过 $3.5 \times 10^{-6}\text{ T}$; 如带 STEM 附件, 磁场强度不超过 $3 \times 10^{-7}\text{ T}$ 。或按照仪器安装要求。
- 5.5 地基振动的振幅不超过 $5\text{ }\mu\text{m}$ (振动频率为 $5\text{ Hz} \sim 20\text{ Hz}$ 时), 或根据仪器安装要求。
- 5.6 冷却水压力不低于 $5 \times 10^4\text{ Pa}$ (小型透射电镜除外), 流量适当, 水温低于 $25\text{ }^{\circ}\text{C}$ 。
- 5.7 供电电源: $220\text{ V} \pm 10\text{ V}$ 、 $50\text{ Hz} \pm 0.5\text{ Hz}$ 。

6 仪器

6.1 仪器结构

6.1.1 照明系统

由电子枪和聚光镜、聚光镜光阑组成。电子枪提供亮度高、相干性好、束流稳定的电子束。电子枪一般分为热发射(如 W(钨)灯丝, LaB6(六硼化镧)灯丝等)和场发射(热场、冷场)两种。聚光镜将电子束会聚, 照射在样品上。

6.1.2 样品室和成像系统

样品固定在样品杆上,可在规定范围内移动、倾转。成像系统由物镜、中间镜、投影镜及物镜光阑和选区光阑组成,将样品像和衍射花样逐级放大呈现在荧光屏或记录相机上。

6.1.3 观察和记录系统

在观察室的荧光屏、相机或成像探头上记录图像数据。

6.1.4 其他系统和附件

包括真空系统、电源系统、计算机控制系统、安全保护系统和水冷系统。有的设备还配备扫描透射(STEM)、电子能量损失谱(EELS)和 X 射线能谱(EDS)等附件^[4~5]。

6.2 透射电镜的分类以及主要技术参数

表 1 材料型和生物型透射电镜分类依据的主要技术参数

技术参数		分类	
		材料型	生物型
加速电压/kV		≥ 200	≤ 120
分辨率/nm	线分辨率	≤ 0.144	≤ 0.204
	点分辨率	≤ 0.2	≤ 0.45
放大倍率精确度		$\leq \pm 5\%$	$\leq \pm 5\%$
图像畸变量		$\leq \pm 3\%$	$\leq \pm 3\%$
镜筒真空度/Pa		$< 2 \times 10^{-5}$	$< 1 \times 10^{-3}$
样品污染率/(nm/min)		≤ 0.01	≤ 0.03
极靴类型		高分辨型、超高分辨型、高倾转型	高反差型、高倾转型
注：目前透射电镜分类方式有多种,本通则沿用了根据使用范围,即侧重于材料或生物样品来进行大致的整体性的分类,以便适用于不同类型的电镜实验室。需要指出的是,生物型的冷冻电镜亦使用 200 kV 以上电压,材料型的亚原子分辨低电压电镜(SALVE)亦使用 80 kV 以下的电压,以及环境透射电镜(ETEM)可以在样品室局部注入气体等,并不局限于上述具体技术指标。			

6.3 仪器检定或校准

6.3.1 透射电镜的检定和校准

仪器在投入使用前,包括用于测量环境条件等辅助测量的仪器,应采用检定或校准等方式以确认其是否满足检测分析的要求。仪器及辅助测量的仪器在投入使用后,应有计划地实施检定或校准,以确认其是否满足检测分析的要求。

一般利用纳米金标准样品,对图像分辨率进行检定。利用标准网格光栅对放大倍数进行校准,对图像畸变进行检定。

透射电镜的检定还包括:电子光学系统的稳定性,样品载台稳定性,真空、污染性能等。检定和校准操作应按有关检定规程、规范进行。标准样品应符合 GB/T 18735 的规定。

6.3.2 放大倍率校准

按照 ISO 29301:2010 中 6.8, calibration of image magnification, 用周期结构标准样品校准图像放大倍率。由于电磁透镜的磁滞效应, 实际放大倍率与读数值可能有 5% 的误差。标准样品应符合 GB/T 18735 的规定。

6.3.2.1 胶片相机的照片放大倍率校准

放大倍率在 5 万倍以下使用 2 160 条/毫米的光栅复型标准样品校准; 更高放大倍率用已知晶面间距的薄晶体样品校准, 通过计算得出校准曲线。标准样品应符合 GB/T 18735 的规定。

6.3.2.2 CCD(DDD)相机的照片放大倍率校准

放大倍率在 5 万倍以下使用 2 160 条/毫米的光栅复型标准样品校准; 更高放大倍率用已知晶面间距的薄晶体样品校准; 将晶体的晶带轴调整到与电子束平行, 拍摄该晶体的高分辨晶格点阵像, 利用傅立叶变换图测量晶面间距, 通过计算, 修正各放大倍率的误差。标准样品应符合 GB/T 18735 的规定。

6.3.3 相机长度校准

相机常数为透射电镜衍射模式相机长度 L 与入射电子波长 λ 之积。由于透射电镜相机长度不确定性, 需要利用金多晶薄膜(或铝多晶薄膜)进行校准。拍摄金多晶薄膜(或铝多晶薄膜)的衍射环, 测量衍射环的半径 R , 而该衍射环所对应的晶面间距 d 已知, 根据衍射公式: $L\lambda = Rd$, 计算出相机长度。标准样品应符合 GB/T 18735 的规定。

7 分析样品

7.1 样品要求

传统透射电镜要求样品在真空中和高能电子束轰击下不挥发或变形, 化学和物理性质稳定, 无放射性、腐蚀性和强磁性, 不含有水分。根据样品的种类、性质和分析要求选用不同的制备方法。块状样品厚度不超过 100 nm 量级, 样品整体直径不大于 3 mm(对应于电镜样品载台尺寸), 粉末类的样品单颗粒尺寸小于 100 nm 量级。

注: 对于配置有特殊附件的原位透射电镜, 以上样品要求的限制不再有效, 比如: 低能电镜可以观测对电子辐射敏感的样品; 环境透射电镜(ETEM)可以观测有挥发、气体注入的样品和反应过程; 加装了液体池的样品杆可以观测含水样品; 洛伦茨电镜可以观测强磁性样品等。

7.2 样品制备

7.2.1 粉末样品

对于单颗粒尺寸不超过 100 nm 的样品, 采用与待测样品不相溶的分散剂, 例如高纯水、乙醇等, 将经过超声波分散的颗粒悬浮液滴在或喷在覆盖有支持膜的铜网上, 静置干燥。

7.2.2 块体样品

厚度大于 1 μm 的样品

7.2.3 塑性样品(如金属及合金等)

通常采用电解双喷减薄或离子减薄制样, 对于钢铁薄膜样品进行析出物等分析也常使用复型的方法, 比如萃取复型进行制样。

7.2.4 脆性样品(如陶瓷、矿物、半导体等)

化学减薄或离子减薄。

7.2.5 高分子聚合物样品

一般直接采用超薄切片或冷冻超薄切片法制样。

7.2.6 生物医学样品

生物医学样品常规制样分为负染色法和超薄切片法。负染色法用于细菌、病毒、蛋白质等颗粒样品,超薄切片法用于组织细胞样品。对于具体的制样操作步骤以及试剂使用,不同样品有所区别。

冷冻电镜样品制备一般采用超低温快速冷冻方法。

7.2.7 纳米加工技术制样

应用兼具微观观测能力和定点减薄能力的纳米加工技术,如聚焦离子束仪、氦离子显微镜等,可以对多种类的样品进行纳米裁剪,进而得到透射电镜试样。

8 分析步骤

8.1 开机

透射电镜一般处于待机状态。需要重新启动时,依次开启稳压电源、冷却水系统和主机电源开关,透射电镜真空系统启动,待真空度达到要求后,打开电镜镜筒电源,进入下一步骤。

8.2 电镜系统调整

8.2.1 电镜光路合轴调整

开启加速电压和灯丝电流,当出现光斑后,对照明系统进行合轴:调节电子束的平移、倾转位置,调节电流中心、电压中心,各类型透射电镜均应严格按照仪器说明书的步骤进行。

8.2.2 像散矫正

8.2.2.1 聚光镜像散矫正

按以下步骤矫正:

- 插入聚光镜光阑并对中,调整亮度按钮汇聚电子束斑,调节聚光镜消像散器,得到圆形的电子束斑;
- 在需要时(如进行高分辨 STEM 的观测)进一步调节聚光镜像散,从 TEM 切换到 STEM 模式下,择合适的扫描束斑,然后对聚光镜进行 STEM 模式下的合轴。将电子束移至非晶样品区(如非晶碳膜),将朗奇图调整到荧光屏中心,中心形成均匀一致区域,然后用合适的聚光镜光阑套住。调节聚光镜消像散器,至形成的朗奇图环状花样与光阑形状一致,从而进一步矫正聚光镜像散。

8.2.2.2 物镜像散矫正

采用非晶碳铜网支持膜,在高放大倍率下,拍摄非晶碳的形貌像,获得该形貌像的傅立叶变换图。物镜无像散时,在欠焦条件下,傅立叶变换图为类似非晶碳的衍射环的宽化圆环;当物镜存在像散时,此宽

化圆环为椭圆形,通过调节物镜消像散器,获得正圆形环时,物镜像散消除。

注:有些 120 kV 生物电镜没有电子衍射功能,消像散无法使用衍射的方法,一般采用像散线法或费涅尔环法。

8.2.2.3 中间镜像散矫正

对于衍射模式衍射斑点始终无法为圆形实心点的情况,需要矫正中间镜像散。调节中间镜消像散器使铜钱像变成三束会聚的图像,即可进行消除。

8.2.3 慧差矫正

对于原子分辨率的高分辨观察需要矫正慧差。聚光镜和物镜都会产生慧差。按照仪器说明书进行无慧差矫正。

8.2.4 球差矫正¹⁾

要实现亚埃分辨率的高分辨观测则需要使用球差矫正器矫正球差^[5]。根据透射电镜观测模式,分别矫正聚光镜球差(适用于高分辨 STEM 的观测,依据非晶样品区郎奇图矫正)和物镜球差(适用于高分辨 TEM 模式的观测,依据非晶样品区衍射环矫正)。

8.2.5 色差矫正²⁾

使用色差矫正器可减小色差,提高成像质量。对于安装有球差矫正功能的电镜,色差也可以通过球差矫正器得到矫正。对于谱学分析(如 EELS),色差可以通过单色器矫正。

8.2.6 磁转角校准

通常利用外形特征直接反映其晶体取向的薄晶体校准磁转角 Φ ,也有电镜具有自动校准功能。

8.2.7 样品高度调整

在进行放大倍率校准和选区电子衍射时,为减少误差,需用样品杆的“Z 高度”调节功能调整样品高度。将物镜激磁电流调整到标准物镜电流值,调节“Z 高度”旋钮,使标样处于正聚焦位置。在样品杆处于良好预校准的情况下,调整样品高度就可以使样品膜面与样品载台的 X、Y 倾转轴重合,以实现等高倾转。

8.3 工作条件的选择

8.3.1 样品杆

根据透射电镜观察和测试项目的不同,选用单倾样品杆、双倾样品杆、重构旋转样品杆以及其他类型的力、热、电等原位测试样品杆。

8.3.2 加速电压

在透射电镜观察时,应根据样品的物理、化学特性,选择不同的加速电压。对于耐电子束辐照损伤的样品,应尽量选用最高电子束加速电压;而对于固有衬度较低的样品,可适当降低加速电压。

8.3.3 样品安装

将样品放在专用样品杆上送入样品室。

1) 适用于具有球差矫正器(C_s corrector)的透射电镜。

2) 适用于安装有色差矫正器(C_c corrector)的透射电镜。

8.4 观察和测试

8.4.1 质厚衬度像

在明场模式下加物镜光阑观察非晶样品和低倍率下较厚的样品,例如金属或无机材料的表面复型、微小物体或颗粒、生物组织超薄切片,样品中质量厚度大的区域对入射电子散射强,致使通过物镜光阑孔参与成像的电子减少,相应在荧光屏上形成较暗的区域。这种由于样品微区质量厚度的差异造成图像上对应区域强度的变化,为样品质厚衬度像,显示样品微区的形貌特征。

8.4.2 衍射衬度像

衍射衬度是由于样品不同部位对入射电子束满足布拉格衍射条件的不同,因而产生不同衍射作用而形成的衬度。通常衍射衬度明场像、暗场像分析总是与电子衍射相结合,以确定物相的显微形态、点阵类型和点阵参数。电子束经过晶体样品衍射后,分化为透射电子束和若干衍射电子束,用物镜光阑挡住所有衍射束,只让透射电子束穿过物镜光阑孔成像,获得衍射衬度明场像。若用物镜光阑挡住透射电子束和其他衍射电子束,只让一束衍射电子束穿过物镜光阑孔成像,对该衍射束有贡献的样品区域或物相呈现亮的衬度,获得衍射衬度暗场像。

8.4.2.1 明场像

通过使用物镜光阑,只允许透射束通过物镜光阑成像,则称为明场像。

8.4.2.2 暗场像

通过使用物镜光阑,只允许某支衍射束通过物镜光阑成像,则称为暗场像。

8.4.2.2.1 中心暗场像

先对样品做选区衍射,倾斜样品使衍射谱除透射束外,只有一个衍射束斑最亮(双光束条件),调节电子束倾斜,使衍射束与光轴平行、变亮,并只让该衍射束穿过物镜光阑从而成中心暗场像。中心暗场像是分析复杂衍射图、分析晶体取向和缺陷的有效方法。

8.4.2.2.2 离轴暗场像

利用移动物镜光阑的方式,选择离透射束较近的衍射束成暗场像,从而可以省略倾转电子束操作。

8.4.3 相位衬度像(高分辨像)

相位衬度像是利用透射电子束与衍射电子束之间的相位差,从而可以在物镜像平面处相互干涉后形成晶格条纹点阵像。高分辨像即属于相位衬度像,用于研究物质中原子尺度的晶格有序性的细节,可直接观察晶体样品的晶体对称性、格点排列。高分辨成像技术不仅用于测试透射电镜分辨率,而且广泛用于研究各种材料的微晶结构、晶体缺陷、界面结构等。高分辨像可以通过计算机进行图像模拟,进而解释图像与晶体结构的关系。

8.4.4 Z 衬度像

在扫描透射电子显微镜(STEM)中,聚光镜系统可在样品上形成纳米尺度甚至亚埃尺度的高亮度会聚电子束探针,收集散射电子,从而以获得与质量序数 Z 相关的衬度像。高分辨 Z 衬度像需要将样品严格转到正带轴上,在 STEM 模式下,使用高角环形暗场像探测器(HAADF)精确矫正聚光镜像散(见 8.2.2.1),调节相机长度、放大倍数、亮度、对比度、离焦量等参数获取近似与样品原子序数的平方(Z^2)成

比例的衬度。

8.4.5 电子衍射

8.4.5.1 选区电子衍射

选区电子衍射(SAED)是通过选区光阑选取被分析样品的需要衍射研究的区域,这里的被分析区一般应避开样品中的相界与晶界。在成像模式下设置选区光阑之后,转换到衍射模式,退出物镜光阑,调节衍射聚焦钮使物镜光阑的像聚焦,使衍射斑变得清晰明锐,记录衍射花样。

8.4.5.2 会聚束电子衍射

选择合适的聚光镜光阑,会聚电子束于观测样品所在区域,转换到衍射模式,退出物镜光阑,调节会聚束衍射模式(CBED)电子束的会聚角,这里会汇聚角度一般可达到几十毫弧度,其透射束和衍射束分别形成扩展的衍射圆盘,衍射盘内有确定的强度分布,从而形成盘状会聚束电子衍射花样,然后记录衍射花样。

8.4.5.3 纳米束电子衍射(微衍射)

选择较小的聚光镜光阑并对中,会聚电子束于观测样品所在区,转换到衍射模式,退出物镜光阑,调节纳米束衍射模式(NBED)电子束的会聚角,聚焦电子束照射细小样品上,这里会聚角度一般为几个毫弧度,获得纳米束衍射花样,然后记录衍射花样。微束分析相关标准参照 GB/T 18907。

8.4.6 X 射线能谱分析

高能电子入射样品后使原子内层电子被激发电离,而后原子在回复基态的过程中产生特征 X 射线。X 射线能谱仪(EDS)收集来自样品的特征 X 射线,经放大送入多道分析器,分析器按其不同的特征能量分散,并(去掉)记录相应的强度,展示(生成)X 射线能谱。根据谱峰的特征能量定性识别样品所含元素;利用数据处理系统运行薄膜定量分析程序,根据强度值计算各元素的百分含量。透射电子显微镜上配备的 X 射线能谱仪通常对原子序数大于 11 的元素的分析有较高的置信度(原子百分含量须高于 1%)。

8.4.7 电子能量损失谱分析

电子能量损失谱(EELS)分析具有单一能量的电子与样品相互作用后的能量分布。可通过 EELS 谱对样品内存在的元素、化学键、电子结构、声子结构等信息进行检测。EELS 谱可分析 1 号元素到 92 号元素,由于低原子序数元素(轻元素)的非弹性散射几率大于弹性散射几率,EELS 谱对样品微区轻元素比较敏感,而 EDS 则对重元素敏感。采集 EELS 谱前,可按仪器说明书设定能量损失谱控制单元各项参数,设置能量扫描范围、接受狭缝宽度、EELS 光栏尺寸、以及 EELS 谱的聚焦、增益、零峰校准等。在 TEM 模式下需要确定采谱区域或衍射的相机常数,在 STEM 模式下需要确定是点扫、线扫或面扫。如果需要,再将扫描透射成像的明场电子探测器退出光路,调整扫描单元使一个显示器处于线扫描工作状态。启动分析系统,设定好各项参数和实验条件,然后采集 EELS 谱图。

8.4.8 电子能量过滤像

能量过滤像可以在固定电子束的电镜设备用镜筒内置的过滤器或者镜筒末端的谱仪来实现成像,也可以在扫描透射系统中实现。能量过滤可以获得低色差的样品观察区域,保证高的衍射接收角和能量分辨率,从而可以获得高质量的能量过滤像。能量过滤像可以给出元素的空间分布图。能量过滤也可以作为提高图像特定衬度的方法,或者用于提高电子衍射花样的可见度和精度。

8.5 检测后仪器的检查与维护

观测完成后,按仪器使用说明书要求的次序完成样品复位/取出、退出物镜光阑/选区衍射光阑等可插入光阑、关闭灯丝电流、关闭加速电压、关闭透镜电源等操作,场发射透射电镜可维持高压和场发射电流。透射电镜在非工作时,一般不需要关机,维持抽真空待机状态,保持房间温湿度环境。在有需要时,如维护维修、停电等情况下,按照仪器说明书进行关机以及重启动操作程序。

9 结果报告

9.1 基本信息

结果报告应至少包括:委托单位信息、样品信息、仪器设备信息、环境条件、检测方法(标准)、检测人、检测日期等。

9.2 结果报告内容

结果报告内容包括观察分析结果的文字表述,微观形貌照片、衍射照片、谱图等必要的信息。

9.3 分析结果的表述

9.3.1 微观形貌特征分析

透射电子显微镜通常以照片形式提供样品的显微形貌特征,照片中至少提供经过校准的标尺等参数。可按照质厚衬度、衍射衬度、相位衬度等成像理论对图像进行说明。

9.3.2 微结构分析

9.3.2.1 高分辨像或原子像可以照片的形式提供样品中检测区域内原子(或离子、分子、空位等)的排列方式等结构信息,包括结构尺寸、取向、对称性等。

9.3.2.2 电子衍射分析,包括选区电子衍射、会聚束电子衍射、纳米束电子衍射、菊池线电子衍射等方法,通常以照片形式提供衍射花样,并提供经过校准的标尺。衍射花样按照电子衍射基本理论进行标定和分析后,可提供样品的晶体结构或取向关系。

9.3.3 微区成分分析

由 EDS、EELS 等分析型附件的数据,提供样品微区化学成分的定性或半定量分析结果。通常以谱图、mapping 图的形式提供。

10 安全注意事项

10.1 应严格遵守透射电镜及相关制样设备、分析附件的操作规程,避免触电、电离辐射和机械伤害。

10.2 对样品处理、制备过程中产生有害粉尘,使用的溶剂、染色剂等试剂如四氧化锇,醋酸铀等有害化学品,应进行危害品专门回收。操作人员应具备专业知识,并配备通风橱、口罩、手套、护目镜等防护措施。

10.3 液氮常用作冷阱中的冷却剂,使用时应严格遵守操作规程,避免液氮冻伤;在封闭房间内存放、使用液氮应对室内氧气浓度进行监控,避免窒息。

10.4 对于透射电镜需要使用的高压气体钢瓶,应放在远离电源、热源的阴凉处,并加以固定。

参 考 文 献

- [1] 郭可信,叶恒强主编.高分辨电子显微学在固体科学中的应用.科学出版社,北京,1985
 - [2] 进藤大辅,及川哲夫合著,刘安生译.材料评价的分析电子显微方法.冶金工业出版社,北京,2001
 - [3] 威廉斯,卡特.透射电子显微学:材料科学教材.清华大学出版社,北京,2007
 - [4] 叶恒强,王元明主编.透射电子显微学进展.科学出版社,北京,2003
 - [5] 李建奇等,透射电子显微学,高等教育出版社出版,北京,2015
-

